

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-032537

(43)Date of publication of application : 09.02.1993

(51)Int.Cl.

A61K 7/48  
A61K 7/00

(21)Application number : 03-215932

(71)Applicant : KANEBO LTD

(22)Date of filing : 31.07.1991

(72)Inventor : MATSUI TADASHI  
TOKUNAGA KAZUNOBU  
YOSHIDA MASAKI  
NAKADA MASANORI  
INOUE SHINTARO

## (54) SKIN COSMETIC

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a skin cosmetic increasing skin function, having excellent inhibitory effects on aging of skin, containing ascorbic acid or a derivative thereof and a collagenase production promoter such as serine.

CONSTITUTION: A skin cosmetic containing one or more selected from ascorbic acid and a derivative thereof (e.g. phosphoric ester or monopalmitic ester) and a collagenase production promoter (especially preferably sulfuric acid hydrolyzate of silk fiber having 500 molecular weight, serine, a derivative thereof, ethanolamine or a derivative thereof). The amount of ascorbic acids is 0.01-10wt.% based on the whole amount. When the sulfuric acid hydrolyzate of silk fiber is used as the collagenase production promoter, the blended amount of a substance containing 0.5-4wt.% silk fiber is 0.1-10wt.% based on total amount and when serines or ethanolamines are used, the blended amount is preferably about 0.001-10wt.% based on the total amount.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 24.02.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 16.05.2000

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japanese Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-32537

(43)公開日 平成 5 年(1993) 2 月 9 日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

A 6 1 K 7/48  
7/00

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

9051-4C  
H 8615-4C  
C 8615-4C

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平3-215932

(22)出願日 平成 3 年(1991) 7 月31日

(71)出願人 000000952

鐘紡株式会社

東京都墨田区墨田五丁目17番4号

(72)発明者 松井 正

神奈川県中郡二宮町百合が丘1-10-1

(72)発明者 徳永 和信

神奈川県藤沢市藤が岡3-3-14

(72)発明者 吉田 雅紀

神奈川県小田原市寿町5-12-13

(72)発明者 中田 正典

神奈川県小田原市早川3-21-2

(72)発明者 井上 紳太郎

神奈川県小田原市曾比2235-5

(54)【発明の名称】 皮膚化粧料

(57)【要約】

【目的】 本発明は、皮膚機能を亢進させ、皮膚の老化防止効果（皮膚柔軟化効果、皮膚のはりの改善効果、皮膚のしわの改善効果等）に優れた皮膚化粧料を提供することを目的としている。

【構成】 アスコルビン酸及びその誘導体からなる群より選ばれた1種又は2種以上と、コラゲナーゼ産生促進物質とを含有することを特徴としている。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 アスコルビン酸及びその誘導体からなる群より選ばれた1種又は2種以上と、コラゲナーゼ産生促進物質とを含有することを特徴とする皮膚化粧料。

【請求項2】 コラゲナーゼ産生促進物質が、分子量が500以下の絹繊維の硫酸加水分解物である請求項1記載の皮膚化粧料。

【請求項3】 コラゲナーゼ産生促進物質が、セリン及びその誘導体、又はエタノールアミン及びその誘導体からなる群より選ばれた1種又は2種以上である請求項1記載の皮膚化粧料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、皮膚機能を亢進させ、皮膚の老化防止効果（皮膚柔軟化効果、皮膚のほりの改善効果、皮膚のしわの改善効果等）に優れた皮膚化粧料に関する。

## 【0002】

【従来の技術】老化した皮膚は、皮膚表面が乾燥し荒れ肌様の状態になるが、これは角質層の水分保持機能の低下やバリアー機能の低下、更に皮脂分泌量の低下等に起因すると考えられている。また、表皮、真皮ともに細胞数の減少を伴い、代謝機能の低下が生じ、更に、表皮の酸化還元関連の酵素活性や皮膚の酸素分圧が低下し、角質層のターンオーバー速度が低下することが知られている。

【0003】一方、皮膚の大部分の構造を形成する成分として、コラーゲンとエラスチンがあり、これらが皮膚の弾力性と柔軟性を左右しているといわれている。そして、加齢によりこれらの成分の可溶性分画が減少し、架橋構造が形成され弾力性と柔軟性が低下すると考えられている。更に、加齢によりコラーゲンの代謝が低下すると共に、皮膚の細胞間物質であるヒアルロン酸が顕著に減少し、皮膚の水分量の低下を招くこととなる。その結果、老化皮膚は全体的に萎縮して菲薄化した状態になり、柔軟性、弾力性や滑かさを失い、荒れた肌となる。

【0004】このような老化した皮膚の改善剤として、コラーゲンやヒアルロン酸を配合した化粧料が数多く提案されているが、これらは単に皮膚表面の保湿効果を改善するだけのものであり、本質的に老化肌を改善するものではない。その他、皮膚細胞賦活剤としてビタミン類や生葉類が使用されているが、やはり老化肌の治療にまでは至っていないのが現状である。

【0005】このような現状のなか、加齢に伴うコラーゲン代謝回転（一般に、コラーゲンの代謝回転はコラーゲンの分解速度と合成速度により決まる）の低下を食い止めるために、コラーゲン分解の律速酵素であるコラゲナーゼを増強する方法が考えられ、既に本発明者らにより、コラゲナーゼの産生を促進する物質として、例えば、エタノールアミン誘導体（特願平2-97071

号、特願平2-127390号、及び特願平2-212931号）、セリン誘導体（特願平2-99579号及び特願平2-186763号）、絹部分水解物（特願平3-59752号）等が見出されている。

【0006】一方、コラーゲン、特に結合組織内で主たるコラーゲンであるⅠ型コラーゲンの合成あるいは分泌の亢進は、線維芽細胞を用いた実験により、TGF-β、アスコルビン酸及びその誘導体、エストロゲン、テストステロン及びインシュリンなどで達成できることが知られている。

【0007】ところで、例えばTGF-βやエストロゲンの場合は、コラーゲンの合成を促進し、しかもコラゲナーゼの分泌を抑制するため、コラーゲンの代謝賦活というよりはむしろコラーゲンの蓄積を促進する物質である。

【0008】また、インターロイキン-1は、コラゲナーゼの分泌を促進すると同時に、コラーゲンの合成を抑制するため、この場合、コラーゲンの代謝賦活というよりはむしろコラーゲンの一方的な減少を促すと考えられる。そして、グルココルチコイドやレチノイン酸は、コラーゲンとコラゲナーゼの分泌を共に抑制する物質である。

【0009】つまり、これまで、コラーゲンの合成又は分解の一方のみを促す物質、コラーゲンの合成を促進し且つ分解をも抑制する物質、逆にコラーゲンの分解を促進し且つ合成をも抑制する物質、あるいはコラーゲンとコラゲナーゼとを同時に抑制する物質はあり、この考えに基づいた化粧料が一部見出されているのみである。本発明の如く、コラーゲンの合成と分解という相反する作用を同時に促し、より積極的にコラーゲンの代謝を促進しようという考えに基づいた化粧料の試みは、全くなされていなかった。

## 【0010】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の目的は、コラーゲンの合成を促進する物質とコラゲナーゼの産生を促進する物質が、互いの作用を妨げることなく働き、コラーゲンの代謝回転を高めることにより、皮膚機能を亢進させ、皮膚の老化防止効果（皮膚柔軟化効果、皮膚のほりの改善効果、皮膚のしわの改善効果等）に優れた皮膚化粧料を提供することにある。

## 【0011】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、アスコルビン酸及びその誘導体からなる群より選ばれた1種又は2種以上と、コラゲナーゼ産生促進物質とを含有することを特徴とする皮膚化粧料である。

【0012】本発明に用いられるアスコルビン酸及びその誘導体としては、アスコルビン酸とその塩、アスコルビン酸リン酸エステル及び硫酸エステルとその塩、アスコルビン酸モノステアリン酸エステル、アスコルビン酸モノバルミチン酸エステル、アスコルビン酸ジバルミチ

ン酸エステル等を挙げることができる。

【0013】本発明に用いられるアスコルビン酸及びその誘導体の含有量は、本発明の皮膚化粧料の全重量に対して好ましくは0.01～10重量%（以下、単に%と略記する）である。この含有量が0.01%より少ないと効果は十分でなく、逆に10%を越えてもその増量分に見合った効果は期待できない。

【0014】本発明に用いられるコラゲナーゼ産生促進物質としては、プロコラゲナーゼ産生物質（コラゲナーゼは、前駆体であるプロコラゲナーゼとして細胞より分泌され、生体内ではその後、蛋白分解酵素によってコラゲナーゼに活性化されると考えられている）として一般に知られているもの、例えば、絹部分水解物、セリン及びその誘導体、エタノールアミン及びその誘導体などを挙げることができる。

【0015】絹部分水解物、特に、水溶性絹ペプチドは皮膚化粧料等に用いられる公知物質であり、例えばその製造法として、特公昭58-17763号公報、特公昭59-31520号公報、特公昭60-41043号公報等に記載の方法が知られている。この絹部分水解物の中でも、分子量が500以下の絹繊維の硫酸加水分解物が特に好ましいものとして挙げることができる。

【0016】セリン及びその誘導体としては、例えばL-セリン、DL-セリン、N-メチル-L-セリン、N-メチル-DL-セリン、N、N-ジメチル-L-セリン、N、N-ジメチル-DL-セリン等を挙げることができる。

【0017】エタノールアミン及びその誘導体としては、例えばモノエタノールアミン、N-メチルエタノールアミン、N、N-ジメチルエタノールアミン、2-アミノ-1-ブタノール、2-アミノ-1-プロパノール、N-メチル-2-アミノ-1-ブタノール、N-メチル-2-アミノ-1-プロパノール等を挙げることができる。エタノールアミン及びその誘導体は、遊離のアミンあるいはアミン塩の形で用いられる。アミン塩としては、例えば塩酸塩、硫酸塩、硝酸塩、燐酸塩等の鉱酸の塩、酢酸塩、乳酸塩、クエン酸塩、リンゴ酸塩、酒石酸塩、フマル酸塩、マレイン酸塩、低級脂肪酸塩、高級脂肪酸塩等の有機酸の塩等が挙げられる。

【0018】本発明に用いられるコラゲナーゼ産生促進物質の含有量は、その剤形により異なるが、絹繊維の硫酸加水分解物を用いる場合は、絹繊維として0.5～4%含む本物質を、本発明の皮膚化粧料の全重量に対して好ましくは0.1～10%である。また、セリン及びその誘導体又はエタノールアミン及びその誘導体を用いる場合は、その含有量は本発明の皮膚化粧料の全重量に対して好ましくは0.001～10%である。この含有量

が上記範囲の下限よりも少ないと効果は十分でなく、上限を越えてもその増量分に見合った効果は期待できない。

【0019】本発明の皮膚化粧料は、常法に従って、ローション類、乳液類、クリーム類、軟膏類、パック類、パウダー類等の剤形にすることが可能である。また、本発明の皮膚化粧料には、界面活性剤、保湿剤、pH調整剤、増粘剤、殺菌剤、防腐剤、角質溶解剤、抗酸化剤、香料、色素、紫外線吸収剤、顔料等を、本発明の目的を達成する範囲内で適宜配合することができる。

【0020】

【作用】本発明者らは既に、コラーゲン合成促進作用を有するアスコルビン酸及び／又はその誘導体と、コラゲナーゼ産生促進物質とを含有し、両者が互いの作用を妨げることなく働き、コラーゲンの代謝回転を高めることができることを見出している（特願平3-

）。そして、本発明の皮膚化粧料は、上述した作用に基づき、皮膚機能を亢進させ、皮膚の老化防止効果（皮膚柔軟化効果、皮膚のはりの改善効果、皮膚のしわの改善効果等）を与えるものである。

【0021】

【実施例】以下、実施例によって本発明を更に詳細に説明する。以下に記載の配合量（%）は重量%を意味する。尚、実施例に記載の皮膚粘弾性試験法、美肌効果試験法は下記の如くである。

【0022】（1）皮膚粘弾性試験法

ウィスター系ヘアレスラット（6週齢、オス、1群5匹）の背部を毛刈りし、右肩の2×2cmの部位に、連日試料を0.1g塗布した。試験開始後45日目に、特願平2-278505号記載の表面粘弾性測定装置を用いて皮膚粘弾性値を測定し、各群の皮膚粘弾性値の平均値を求めた。尚、同測定装置により表示される皮膚粘弾性値（任意単位）は、皮膚がかたい程高い値を示す。

【0023】（2）美肌効果試験法

荒れ肌、小皺、乾燥肌等を訴える女性被験者（35～55才）20人に試料を1日2回（朝・夕）連続2ヶ月間させた後、皮膚の柔軟性、はり、しわの改善について評価した。結果は、各項目に対して「皮膚の柔軟性が向上した」「皮膚のはりが改善された」「皮膚のしわが改善された」と回答した人数で示した。

【0024】実施例1、比較例1、2

【スキンケア】表1の組成の如く本発明及び比較例のスキンケアを調製し、前記試験を実施し、その結果を表2に示した。

【0025】（1）組成

【表1】

原 料 成 分	配合量 (%)
スクワラン	10.0
オリーブ油	10.0
(A) 固形パラフィン	5.0
セタノール	4.0
ソルビタンモノステアレート	2.0
ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート	2.0
表2に記載の成分	表2に記載の配合量
(B) 精製水	30.0
グリセリン	5.0
(C) メチルパラベン	0.1
精製水	100%残量

## 【0026】(2) 調製法

\*を添加し、約30℃まで冷却して調製した。

成分(C)を約80℃で均一に混合溶解し、約80℃で 20  
 均一に混合溶解しておいた成分(A)中に加えて乳化し  
 た後、約50℃で均一に混合溶解しておいた成分(B)\*

## 【0027】(3) 特性

【表2】

			実施例 1	比較例 1	比較例 2
配合成分	Ｌ－アスコルビン酸りん酸エステルマグネシウム塩水和物		3.0%	－	－
	絹繊維硫酸加水分解物＊		3.0%	3.0%	－
試験結果	皮膚粘弾性試験＊＊		0.76	0.88	1.0
	美肌効果試験（人）	柔軟性	18	10	3
		はり	17	8	2
		しわ	17	8	0

\* 絹晒ノイル10gを40容量%硫酸50 mlに浸漬し、60で12時間加熱した後、200 mlの冷水を加え一夜室温で放置し、次いで、10N水酸化ナトリウム溶液を徐々に加えて中和した後、濾過して330 mlの上清液(3%相当のフィブロインを含む)として得たもの。

\*\*比較例2の皮膚粘弾性値を基準(1.0)とした相対値で示した。

【0028】この表から判る通り、比較例1、2のスキ

ンクリームと比較して、実施例1の本発明のスキנקリームは、諸試験の全てに亘って良好なる結果を示した。

## 【0029】実施例2

【エッセンス】表3、4の組成の如くローションとパウダーからなる用時調製用の本発明のエッセンスを調製した。

## 【0030】(1) 組成及び調製法

【表3】1剤：ローション

大きさに関するファクターを考慮する必要があり、そのためには下記式で定義される見掛けの剪断速度によって規定することが望ましい。

【0033】見掛けの剪断速度 $=U_t/(D-d)$   
 $U_t$ : 剪断速度[m/s],  $d$ : 羽根径[m],  $D$ : 攪拌槽径[m]

【0034】通常の混練装置の場合、羽根2先端の周速 $U_t$ を一定にすると、装置が大きくなるにつれて羽根2と攪拌槽1との間の距離が大きくなり、見掛けの剪断速度の値は小さくなるものである。このような見掛けの剪断速度を用いて本発明の高剪断を規定する場合、見掛けの剪断速度が100~1000[s<sup>-1</sup>]程度であることが好ましい。

【0035】また、剪断力と全体混合の同時確保をするには、羽根径 $d$ と攪拌槽径 $D$ との比 $d/D$ を0.7以上にすることが好ましい。なお、その上限は0.9以下であることが好ましい。このような攪拌特性を有する具体的な装置としては、例えばラインミキサー、パワーミキサー、スパイラルミキサーなどを使用すると好適である。

【0036】次に、複数組の羽根を備えた装置としては、図2に示すように、高剪断を与えることができる羽根2とその周囲を囲う内径 $D'$ のステーター3、全体混合を行なうことができる掻き取り型の羽根4とを備えた装置が使用される。このような装置の場合、本発明の高剪断を付加するには、羽根2先端の周速 $U_t$ [m/s]のレベルを5m/s以上、好ましくは7m/s以上25m/s以下、より好ましくは10m/s以上25m/s以下とすると共に、上記 $D$ に代えてステーター3の内径 $D'$ を用いて算出された見掛けの剪断速度を1,000~10,000[s<sup>-1</sup>]程度とすることが好ましい。また、複数組の羽根を備えた装置の場合、上記装置とは別に図3に示すように、通常高剪断を与えることができる羽根2と全体混合を行なうことができる掻き取り型の羽根4とを備えた装置も使用される。このような装置の場合、本発明の高剪断を付加するには、上記と同様に羽根2先端の周速に着目する必要がある、その程度は、5m/s以上、好ましくは7m/s以上25m/s以下、より好ましくは10m/s以上25m/s以下とすることによって、高剪断を付加することができる。

【0037】上記のような複数組の羽根を備えた装置において、上記攪拌特性を付与できる羽根2としては、ホモミキサー、ディスパーミキサーなどが例示されるが、通常これらの羽根径と攪拌槽径との比 $d/D$ は、0.2~0.4程度であり、系の粘度が液晶組成物が形成されるに従って高くなることを考慮すれば、このような羽根2のみでは攪拌槽の全体を混合するには力不足である。そこで、高粘度物の混合に適した掻き取り型の羽根4が好適に併用されるが、この場合、高剪断を付加する羽根2に効率的に液を供給するためには、掻き取り型の羽根

4の先端の周速として1m/s以上の流動を付加することが好ましい。

【0038】これらの攪拌特性を有する具体的な装置としては、例えばアジホモミキサー、逆流ミキサー、ハイブリッドミキサーなどを使用すると好適である。

【0039】本発明は、このような混練工程によって、膜形成成分と上記酸化防止剤を含む油分と水相の一部とからなる混合液から液晶組成物を形成するものであるが、かかる工程において液晶組成物が形成されたか否かは、液晶組成物が形成された場合、系の粘度が数百~数万P(ポイズ)と高くなるので、この粘度変化を利用して確認することができる。

【0040】なお、このような液晶組成物が形成された系を凍結した後に裁断し、その裁断表面の型を取って、透過型電子顕微鏡で観察することにより、多層構造の存在を確認することができる。この多層構造は、膜形成成分による二分子膜と水層とにより形成されたものであり、この場合、膜形成成分の分子は、互いにその疎水基を膜の内側に向けて配列するので、油分はこのような二分子の疎水基間に微小単位で分散されていると考えられる。

【0041】更に、上記液晶組成物と水相の残部とを混合して、目的とする小胞体が分散した液を得ることができる。この場合、混合温度は、上記膜形成成分の相転移温度以下でも製造可能であるが、膜形成成分が固まってくることを考慮すれば、上記相転移温度以上で行なうことが好ましい。また、液晶組成物と残りの水相の添加順序は、特に問わず、例えば同時に添加してもよい。この混合・分散工程における剪断力は、特に制限されず、通常の乳化分散工程における程度の剪断力、即ち、通常の乳化分散に使用される機械の通常使用範囲であればよいが、本発明の場合、液晶組成物の粘度が高いという点を考慮すれば、滞留時間を長くして、剪断のかかる時間を増やすことが望ましい。

【0042】従って、本発明の上記混合・分散工程においては、通常の乳化分散用の装置が使用されるが、このような装置としては、通常、高剪断型分散装置が使用され、具体的には、ホモミキサー、マイルダー、クレアミックス、ラインミキサー、アジホモミキサー、ホモミックスラインフロー、ディスパーミキサー、逆流ミキサーなどを挙げることができ、これらは1種単独で又は2種以上を適宜組み合わせ使用してもよい。また、この場合、系の粘度は、数10~数100cP(センチポイズ)程度であるので、掻き取り羽根はあっても無くてもよい。

【0043】なお、上記工程によって得られた小胞体分散液に、さらに色素などを添加してもよく、また、分散工程後に冷却を行ってもよい。さらに、仕上げ段階(小胞体分散液が形成された段階)における温度は、膜形成成分の転移点以上であってもよく、相転移点以下となっ

て二分子膜多層構造の二分子膜が固まっている状態となっていてよい。

【0044】上記小胞体分散液は、そのまま衣料用仕上げ剤等の繊維処理組成物として使用できる。

【0045】

【発明の効果】本発明の繊維処理組成物は、人体への安全性に優れている上、安価であり、しかも、洗濯のすすぎ工程で薬剤の繊維への吸着性が高く、人体から出る悪臭に対して優れた防臭効果を有するもので、柔軟仕上げ剤等として利用することで衣類等に高い防臭効果を付与させることができる。従って、この仕上げ剤で処理した衣類を着用すると、防臭効果が長続きし、汗をかいても臭いが抑えられ、また、この仕上げ剤で靴下に処理を

【0046】

【実施例】以下、実施例及び比較例を示して本発明を具体的に説明するが、本発明は下記実施例に制限されるものではない。なお、各例中の％はいずれも重量％である。

【0047】【実施例、比較例】表1に示す組成の繊維処理組成物（仕上げ剤）を下記方法で調製し、この組成物について、下記の粧原基記載のジブチルヒドロキシルエンの確認試験法を用いて、すすぎ工程における酸化防止剤の吸着を確認する試験及び防臭機能の評価を行った。結果を表1に示す。

【0048】【繊維処理組成物の調製方法】膜形成成分、酸化防止剤及び油相と水相の一部（膜形成成分、酸化防止剤及び油相に対する水相成分比率160％）とを50℃に温め、高剪断下で混練し、まず液晶組成物を作製し、この液晶組成物に予め50℃（膜形成成分の相転移温度+13℃）に加熱した残りの水相を高剪断をかけて添加、混合し、所定の仕上げ剤を得た。

【0049】なお、液晶形成には、ラインミキサーを用い、 $d/D=0.8$ 、羽根先端の周速 $U_t=9\text{ m/s}$ 、 $D-d=0.013\text{ m}$ 、見掛けの剪断速度 $U_t/(D-d)=692\text{ S}^{-1}$ 、攪拌時間=1分とし、添加・混合（分散）にはホモミキサーを用いた。

【0050】得られ組成物につき、小胞体の確認を以下のように行った。

小胞体の確認

分散液を偏光顕微鏡を用いて直交偏光条件下で600倍で観察し、二分子膜多層構造を持つ小胞体の存在を示す十字ニコル像が現れたか否かを調べ、以下の判定基準に

よって判定した。

○：十字ニコルが広い範囲にわたって見える

×：十字ニコルが見えない

【確認試験法】BHT（ジブチルヒドロキシルエン）又はBHA（ブチルヒドロキシアニソール）を含む水溶液1mlに希塩化第二鉄溶液（1Nの塩化第二鉄溶液2mlに水を加えて100mlにしたもの）4滴を加えても呈色しないが、更に $\alpha$ 、 $\alpha'$ -ジピリジルの小結晶を加えると、液は赤色を呈することを利用し、下記試験法に従って、すすぎ工程における酸化防止剤（BHT又はBHA）の吸着を評価した。

試験法

市販洗濯機に衣類（半袖肌シャツ）1kg、水道水30リットル及び市販洗剤（ライオン（株）製ハイトップ）20gを入れ、10分間洗浄後、衣類を1分間脱水し、次いで水道水30リットルで10分間すすぎを2回行った。この2回目のすすぎの際に繊維処理組成物6.6mlを添加した。

【0051】また、比較のため、同様の方法で2回目のすすぎの際にBHTを単に水中に分散しただけのもの（BHTは上記と同量）を添加した試験も実施した。

【0052】上記確認試験に基づいて2回目のすすぎ液中の残留BHT量を液の着色により下記基準により判定した。

○：呈色せず

×：赤く呈色する

【0053】【防臭機能の試験方法】繊維処理組成物（仕上げ剤）を靴下の左足に、市販の柔軟剤（ライオン（株）製ソフランC）を靴下の右足にそれぞれ洗濯機で処理（靴下1kgに対して仕上げ剤6.6ml、水30リットル、温度25℃）し、パネラー10人に8時間着用させた後、左右の靴下の臭いをパネラー10人により下記基準で官能評価した。

官能評価基準

○：市販品処理品より臭わないと評価した人が10人中半数以上である。

△：市販品処理品より臭わないと評価した人が10人中3～4人である。

×：市販品処理品より臭わないと評価した人が10人中2人以下である。

【0054】

【表1】



			実 施 例							比較例	
			1	2	3	4	5	6	7	1	2
組 成 (純分) (%)	膜形成成分	塩化ジステアリルジメチルアンモニウム	13	13	13	13	13	13	13	13	13
	油 相	香料	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
		流動パラフィン	2	2	2	-	-	-	-	-	-
	酸化防止剤	ジブチルヒドロキソトルエン	1	2	0.5	-	4	1	0.5	-	0.2
		ブチルヒドロキシアニソール	-	-	0.5	-	-	-	-	-	-
		トコフェロール	-	-	-	1	-	-	-	-	-
	水 相	塩化カルシウム	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
		エチレングリコール	5	5	5	5	5	5	5	5	5
		ポリオキシエチレンオレイルエーテル	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
		抗菌剤	微量	微量	微量	微量	微量	微量	微量	微量	微量
		色素	微量	微量	微量	微量	微量	微量	微量	微量	微量
		精製水	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス
	計		100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
評価	小胞体の存在		○	○	○	○	○	○	○	○	○
	酸化防止剤の吸着		○	○	○	-	○	○	○	-	○
	防臭機能		○	○	○	○	○	○	△	×	×

【0055】なお、酸化防止剤の吸着を確認する試験において、上記試験の結果、本発明の繊維処理組成物（BHT又はBHAを二分子膜多層構造の小胞体で包み込んだもの）は呈色しなかったが、BHTを単に水中に分散しただけのものは、赤く呈色した。従って、本発明の組成物では、すすぎ液に添加したBHTのほぼ全量が衣類に吸着したことがわかった。

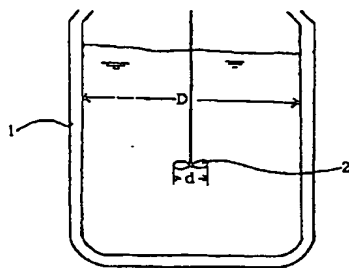
\*【図面の簡単な説明】

【図1】液晶組成物を形成する装置の一例を示す概略断面図である。

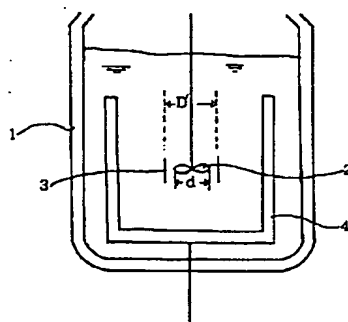
【図2】液晶組成物を形成する装置の他の例を示す概略断面図である。

【図3】液晶組成物を形成する装置の別の例を示す概略断面図である。

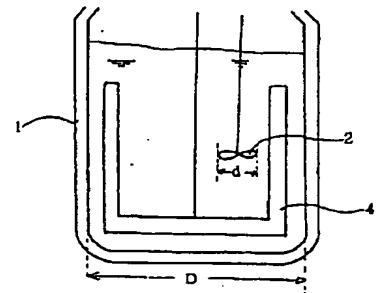
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 貴山 健太郎  
東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオ  
ン株式会社内